CFRP の破壊及びクリープ特性に及ぼす物理的表面処理の影響*

竹 村 兼 一^{*1}, 椎 橋 洋 友^{*2}Effect of Physical Surface Treatment on Fracture
and Creep Properties for CFRPKenichi TAKEMURA^{*3} and Hirotomo SHIIBASHI^{*3} Department of Mechanical Engineering, Kanagawa University,
3-27-1 Rokkakubashi, Kanagawa-ku, Yokohama-shi, Kanagawa, 221-8686 Japan

In this study, an effect of physical surface treatment to mechanical properties for CFRP is focused. Three kinds of sand papers with different grain degrees are used for physical surface treatment to plain woven carbon cloth. DCB (Double Cantilever Beam) test, ENF (End Notched Flexure) test and static bending test for CFRP are conducted. Fracture surface of carbon fiber using SEM (Scanning Electron Microscope) is observed. Static bending test and bending creep test for honeycomb sandwich beam whose surface materials are treated CFRP are also conducted. As a result, fracture toughness and crack propagation resistance under Mode I and Mode II are improved by physical surface treatment. The surface treatment is effective to bending strength and stiffness. The treatment using coarse particle is effective for compressive side, and the fine grain is effective for tensile side. Physical surface treatment improves stiffness and bending creep properties for honeycomb sandwich beam.

Key Words: CFRP, Plain Woven Cloth, Surface Treatment, Fracture Toughness, Bending, Sandwich Beam, Creep

1. 結 言

母材にエポキシ樹脂, 強化材に炭素繊維を使用した複合材料である CFRP は, その優れた特性により航空機やロケット, 人工衛星などの航空宇宙分野から釣竿, スノーボード, 自転車などのスポーツ・レジャー分野まで広い分野で使用されている。CFRP の多くは炭素繊維の織物をエポキシ樹脂で接着する積層構造を有している。そのため, 厚み方向の強度は炭素繊維とエポキシ樹脂の接着性に大きく依存し, 層間強度が低い欠点がある。そのため CFRP は炭素繊維の層間はく離を引き起こしやすい⁽¹⁾。CFRP は層間はく離が生じると強度の大幅な低下, さらに破壊に至ることもあるため, 層間強度の向上は重要な問題である。この CFRP の層間強度向上の方法として, 強化材である炭素繊維に対し化学的な表面処理を施す方法がある⁽²⁾。しかし, この化学的な表面処理は, 処理を行う薬品や装置に高いコストがかかる場合や, 処理に長い時間を必要とする場合がある⁽³⁾。そこで本研究では, CFRP の層間強度向上の方法として, 簡便に行うことが可能な炭素繊維

維にやすりをを用いた物理的な表面処理を施した。これらのモード I 及びモード II 層間破壊じん性値を求め, 平織り炭素繊維の物理的表面処理が CFRP の層間破壊特性に与える影響を調べた。また CFRP や CFRP を表面材に用いたハニカムサンドイッチ構造材は航空機の翼材にも使用されているため⁽⁴⁾⁽⁵⁾, 物理的表面処理がこれらの構造材の曲げ特性に与える影響を調べることは重要である。そこで静的曲げ試験より物理的表面処理を施した CFRP 及び表面材に物理的表面処理を施した CFRP を用いたハニカムサンドイッチ構造材の曲げ特性に与える影響も検討した。さらに引張り側または圧縮側のどちらか一方に表面処理を施した CFRP の静的曲げ試験も行い, CFRP の曲げ特性に与える物理的表面処理の影響も調べた。また, ハニカムサンドイッチ構造材は, 長時間に亘り負荷がかかる部品としての使用割合が高いにも関わらず, クリープ特性の研究報告が少ないため, 3 点曲げクリープ試験を行い, ハニカムサンドイッチ構造材の曲げクリープ特性に与える物理的表面処理の影響も検討した。

* 原稿受付 2005 年 8 月 19 日。

^{*1} 正員, 神奈川大学工学部 (〒221-8686 横浜市神奈川区六角橋 3-27-1)。^{*2} 学生員, 神奈川大学大学院工学研究科。
E-mail: takemura@kanagawa-u.ac.jp

(a) Non Surface Treatment

(b) Surface Treatment

Fig. 1 Micrographs on surface of carbon fiber cloth with surface treatment

2. 試験片

2.1 構成素材 各試験片ともに強化材として東レ株式会社製平織りPAN系炭素繊維トレカクロス (T300) を用いた。母材にはエポキシ樹脂エビコート 828 と硬化剤エポメート LX1N (ジャパンエポキシレジン株式会社) を 3 : 1 の割合で混合させたものを用いた。

2.2 表面処理 平織り炭素繊維への物理的 surface 処理はやすりをを用いて施す。表面処理には粒度が 1200 番, 800 番, 600 番の 3 種類のやすりを用いた。表面処理は均一な処理を行うため, 重りにやすりを固定し, 炭素繊維の上を水平方向に動かした。図 1 に表面処理を施した炭素繊維の表面観察写真を示す。やすりによる surface 処理により, 繊維が毛羽立っているのが分かる。

2.3 DCB 試験片 試験片形状を図 2(a) に示す。平織り炭素繊維の積層枚数は 8 枚であり, 4 層目と 5 層目の平織り炭素繊維に物理的 surface 処理を施した。初期き裂導入のため, 4 層目と 5 層目の間にナフロンフィルム (厚さ 50 μ m) を 50mm 挿入した。

2.4 ENF 試験片 試験片形状を図 2(b) に示す。平織り炭素繊維の積層枚数は 14 枚であり, 7 層目と 8 層目の炭素繊維に物理的 surface 処理を施した。初期き裂導入のため, 7 層目と 8 層目の間にナフロンフィルムを 40mm 挿入した。また, 初期き裂導入側の支持具が接する部分にクッション材としてポリエチレンフィルム (厚さ 0.3mm) を 5mm 挟んだ。

2.5 曲げ試験片

試験片形状を図 2(c) に示す。平織り炭素繊維の積層枚数は 8 枚であり, 全ての平織り炭素繊維に surface 処理を施した。片側 surface 処理曲げ試験片は, 圧縮側または引張り側の一方の平織り炭素繊維 4 枚に surface 処理を施した。片側 surface 処理試験片の模式図を図 3 に示す。

(a) Double cantilever beam specimen

(b) Specimen for ENF test

(c) Specimen for bending test (unit : mm)

Fig. 2 Geometry and dimensions of CFRP specimens

■ : Surface treatment

Fig. 3 Geometry of bending test of CFRP with one side surface treatment

2.6 ハニカムサンドイッチ試験片 試験片形状を図4に示す。表面材に用いたCFRPは平織り炭素繊維を4枚積層し、全ての炭素繊維に表面処理を施した。ハニカムコアにはアルミ合金 5052 製アルミハニカムコア（昭和飛行機株式会社）を用い、サイズは箔厚0.01インチ、セルサイズ 1/8 インチ、厚さ10mmの標準タイプである。

Fig.4 Specimen of Honeycomb Sandwich Beam

3. 試験方法

3.1 モードⅠ層間はく離試験 JIS K 7086に基づき DCB(Double Cantilever Beam) 試験を行い、モードⅠ層間破壊じん性値を求めた。本来き裂が10mm進展するごとにき裂長さ、限界荷重、COD(き裂開口変位)を測定するが、本実験ではき裂が一気に進展するため10分経過するごとにき裂長さ、限界荷重及びCODを測定した。クロスヘッドスピードはき裂進展前までは0.5mm/min、き裂進展後は1.0mm/minとした。き裂進展量が70mmに達するか試験片が破断した場合に試験を終了した。

3.2 モードⅡ層間はく離試験 JIS K 7086に基づき ENF(End Notched Flexure)試験を行いモードⅡ層間破壊じん性値を求めた。クロスヘッドスピードは0.5mm/minとした。き裂進展は不安定に生じるため、進展したき裂の長さの測定は行わず、不安定き裂進展後に試験を終了した。

3.3 静的曲げ試験 JIS K 7074に基づき静的3点曲げ試験を行った。CFRP試験片の場合には支点間距離は100mmとし、圧子、支点の半径はそれぞれ $5.0 \pm 0.1\text{mm}$ 、 $2.0 \pm 0.2\text{mm}$ である。クロスヘッドスピードは5.6mm/minで試験を行い、試験力とたわみを測定し、曲げ強度、曲げひずみを求めた。ハニカムサンドイッチ試験片の場合では、支点間距離は80mmとし、圧子、支点の半径はCFRP試験片と同様に $5.0 \pm 0.1\text{mm}$ 、 $2.0 \pm 0.2\text{mm}$ である。クロスヘッドスピードは5.0mm/minとした。

3.4 3点曲げクリープ試験 JIS K 7088に基づきハニカムサンドイッチ構造材の3点曲げクリープ試験を行った。支点間距離は80mmとし、圧子及び支点の半径はそれぞれ $5.0 \pm 0.1\text{mm}$ 、 $2.0 \pm 0.2\text{mm}$ である。試験荷重は60Nとし、環境温度は110℃、120℃の2種類とした。

4. 結果及び考察

4.1 DCB試験 図5に試験結果より求めたCFRPのき裂進展初期のモードⅠ層間破壊じん性値 G_{IC} と、き裂進展過程のモードⅠ層間破壊じん性値 G_{IR} を示す。図より平織り炭素繊維に物理的表面処理を施すと、CFRPき裂進展初期、き裂進展課程のモードⅠ層間破壊じん性値が共に向上することがわかる。特に粒度800番のやすりで物理的表面処理を施したCFRPが、最も高い値を示している。

次に図6に一度に進展するき裂進展量を示す。炭素繊維に表面処理を施していないCFRPに比べ、物理的表面処理を施したCFRPは一度のき裂進展量が少ない。このことより炭素繊維に表面処理を施すことにより一度に進展するき裂進展量を抑制することがわかる。

Fig. 5 Relationships between GI and Grain Size

Fig. 6 Relationships between Crack Propagation and Grain Size

4.1.1 破壊面観察 図7に表面処理を施していないCFRP(以下未処理CFRP)と物理的表面処理を施したCFRPの層間破壊面のSEM観察写真を示す。未処理CFRP(図7(a))はほぼエポキシ樹脂と炭素繊維の界面ではなく離が生じている。一方平織り炭素繊維に物理的表面処理を施したCFRP(図7(b～d))ではエポキシ樹脂と炭素繊維の界面ではなく離を起こしている部分とエポキシ樹脂が凝集破壊している部分があり、層間破

(a) CFRP

(b) # 1200

(c) # 800

(d) # 600

Fig. 7 SEM photographs of fractured surface under Mode I

壊面の凹凸が大きく、破壊面が複雑になっていることがわかる。これより、モードI層間破壊じん性値が高くなったのは、破壊面が複雑になったことにより実破壊面積が増大し、そのため破壊により大きなエネルギーが必要になるためと考えられる。

4.1.2 破壊面粗さと測定 DCB試験終了後、接触式粗さ測定器を用いて各試験片のき裂進展過程での層間破壊面の粗さを測定した。その結果、粒度800番、600番、1200番、未処理の順に層間破壊面粗さが高い結果となった。

次に図8に層間破壊面粗さとき裂進展過程でのモードI層間破壊じん性値の関係を示す。き裂進展過程におけるモードI層間破壊じん性値は、粒度800番、600番、1200番、未処理の順に高い値であり、この順序は層間破壊面粗さが高い順序と一致する。このことから、平織り炭素繊維に物理的表面処理を施すことによりCFRPのモードI層間破壊じん性値が向上するのは、層間破壊面が複雑になることによる実破壊面積の増大と、破壊面の増大に伴いより大きな破壊エネルギーが必要になったためと考えられる。

4.2 ENF試験 図9にENF試験によって求めたCFRPのモードII層間破壊じん性値を示す。炭素繊維に物理的表面処理を施したCFRPはいずれの粒度においても未処理のCFRPよりもモードII層間破壊じん性値が向上している。このことから、炭素繊維に物理的表面処理を施すことによりCFRPのモードII層間破壊じん性値を改善することが出来ることが分かる。また、炭素繊維に物理的表面処理を施したCFRPの中では、表面処理に用いるやすりの粒度が粗くなるほどモードII層間破壊じん性値が向上している。モードIでは確認された粒度800番と600番の破壊靱性の差は、モードIIではみられなかった。この原因は、モードIIでは破壊の進展に伴い、破壊面に摩擦が生じ、そのため破壊面粗さの破壊靱性に与える影響が小さくなったためと考えられる。

Fig. 8 Relationships between G_{IR} and Surface Roughness

Fig. 9 Relationships between G_{II} and Grain Size

4.3 静的曲げ試験 図10に全ての炭素繊維に物理的表面処理を施したCFRPの曲げ応力とひずみの関係を示す。粒度1200番、800番、600番のいずれも未処理のCFRPよりも曲げ強度が向上しており、物理的表面処理を施すことによりCFRPの曲げ強度が向上していることがわかる。また、物理的表面処理を施したCFRPの中では、粒度1200番のやすりで平織り炭素繊維に物理的表面処理を施したCFRPの曲げ強度が最も高い値となり、物理的表面処理を行っていないCFRPに比べ16.2%曲げ強度が向上している。これより、平織り炭素繊維への物理的表面処理はCFRPの曲げ強度向上に効果があり、やすりの粒度が1200番から600番の範囲では1200番が最も効果が高いことがわかる。

圧縮側もしくは引張り側の片側の平織り炭素繊維のみに物理的表面処理を施したCFRPの曲げ強度及び曲げ弾性率を表1に示す。各やすりの粒度での圧縮側と引張り側での物理的表面処理の効果の比較を行うと

1200番、800番、600番ともに引張り側よりも圧縮側に物理的表面処理を施したCFRPのほうが曲げ強度が高くなった。このことから曲げに関しては圧縮側に物理的表面処理を施したほうが効果が高いことがわかる。引張り側に物理的表面処理を施したCFRPは物理的表面処理に用いたやすりの粒度が低くなるにつれて曲げ強度が低下している。これは、粒度の低いやすりで物理的表面処理を施したほうが、強化材である炭素繊維の損傷が激しくなるため、曲げ強度も低下していると考えられる。

曲げ弾性率に関しては、未処理のCFRPの曲げ弾性率と比較すると、物理的表面処理を施したCFRPの曲げ弾性率は、圧縮側、ともに粒度1200番のやすりで表面処理したCFRPでは低くなったものの、粒度800番、600番のやすりで表面処理を行ったCFRPでは共に高くなった。また、物理的表面処理を施したCFRPの曲げ弾性率は、やすりの粒度が1200番、800番、

600番の順に曲げ弾性率が高くなっている。このことから、やすりの粒度が粗くなると共に弾性率が増加する傾向にあることがわかる。

Fig. 10 Relationships between Bending Stress and Strain

Table 1 Strength and Modulus of Elasticity of one-side surface treatment for CFRP

		Flexural Strength (MPa)	Modulus of Elasticity (GPa)
Non Surface Treatment		401	24.5
#1200	Compressive side	456	23.6
	Tensile side	437	24.3
#800	Compressive side	450	27.3
	Tensile side	426	26.2
#600	Compressive side	494	28.3
	Tensile side	405	28.2

4.4 ハニカムサンドイッチ 図11に各ハニカムサンドイッチ試験片の静的3点曲げ試験における曲げ弾性率を示す。表面板に炭素繊維に物理的表面処理を施したCFRPを用いたハニカムサンドイッチ試験片はいずれも未処理のCFRPを表面板に用いたハニカムサンドイッチ試験片と比較して曲げ弾性率が向上していることが分かる。このことから炭素繊維に物理的表面処理を施したCFRPをハニカムサンドイッチの表面板に用いることにより、ハニカムサンドイッチの剛性を向上させることが出来る。また、処理を施すやすりの粒度が600番から1200番までの範囲では、表面処理を施すやすりの粒度が粗いほど曲げ弾性率が向上しており、粒度が粗いやすりで炭素繊維に表面処理を施したほうがハニカムサンドイッチの曲げ弾性率の向上に効果があることが分かる。

図12,13に各試験環境温度におけるハニカムサンドイッチ試験片の3点曲げクリープ試験の結果を示す。試験結果より、各試験片を比較すると、各環境温度において弾性ひずみは表面板が未処理の試験片が最も大

Fig. 11 Relationships between Modulus of Elasticity and Strain

Fig. 12 Relationships between Creep Strain and Time (110 °C)

Fig. 13 Relationships between Creep Strain and Time (120 °C)

大きく、表面处理を施すやすりの粒度が最も粗い 600 番で処理を施した試験片が最も弾性ひずみが小さいことが分かる。またクリープひずみも弾性ひずみと同様に表面材が未処理のものが大きく、表面处理を施した試験片は粒度が粗くなるほどクリープひずみが小さくなっている。

このように、表面处理 CFRP を用いたハニカムサンドイッチ試験片のクリープひずみは、未処理の CFRP を表面材に用いた試験片よりも小さくなった。この理由としては、表面处理 CFRP を表面材に用いることにより、ハニカムサンドイッチの曲げ剛性が向上したためと考えられる。

5. 結 言

本研究では、炭素繊維に物理的表面处理を施し、CFRP のモード I 及びモード II の層間破壊特性と、曲げ特性に及ぼす影響を調べた。またハニカムサンドイッチ構造材の表面材に表面处理 CFRP を使用し、静的曲げ試験ひ曲げクリープ試験を行った。その結果次のことが明らかになった。

(1) 平織り炭素繊維への物理的表面处理は、CFRP のモード I 層間破壊じん性に対して効果があり、一度に進展するき裂進展量を抑制することが出来る。これは表面处理を施すことにより破壊面粗さが大きくなり破壊により大きなエネルギーが必要になるためである。

(2) 平織り炭素繊維に物理的表面处理を施すことにより、CFRP のモード II 層間破壊じん性を改善することが出来る。表面处理に用いるやすりの粒度が 600 番から 1200 番までの範囲では粒度が粗いほど効果が高い。

(3) やすりによる表面处理は CFRP の曲げ強度に対して効果があり、粒度が 600 番から 1200 番の範囲では、圧縮側には粒度の粗いやすりで処理を施したほうが有効である。引張り側に関しては、粒度の細かい処理が有効であり、粒度の粗い処理は炭素繊維の損傷が激しいため効果は少ない。

(4) 炭素繊維に物理的表面处理を施した CFRP をハニカムサンドイッチ構造材の表面材に用いることにより、ハニカムサンドイッチ構造材の剛性を向上させることが出来る。また、やすりの粒度が 600 番から 1200 番までの範囲では、粒度が粗いやすりで表面处理を施したほうが効果が高い。

(5) 炭素繊維に物理的表面处理を施した CFRP をハニカムサンドイッチ構造材の表面材に用いることにより、曲げクリープひずみを小さく出来る。これは、物理的表面处理を施した CFRP を用いることにより、ハニカムサンドイッチ構造材の剛性が高まり、遷移クリープ域でのひずみを抑制できたためである。

文 献

- (1) Okuda, K., *Carbon Fiber and Composite Materials*, (1988)p.44, Kyoritsu Shuppan
- (2) Fernandez, B., et al., A Comparative Study on the Influence of Epoxy Sizings on the Mechanical Performance of Woven Carbon Fiber - Epoxy Composites, *Polymer Composites*, Vol.25, No.3(2004), pp.319-330
- (3) Shima, K., *Production and Application of Composite Materials*, (2002)p.25, CMC Ltd.
- (4) Amaoka, K., Kamiyama, T., *Journal of the Japan Society for Composite Materials*, Vol.27, No.5 (2001), pp.251-254
- (5) Middleton, D. H., The first fifty years of composite materials in aircraft construction, *The Aeronautical Journal*, Vol.96, No.953(1992), pp.96-104